

VŠB—Technická univerzita Ostrava

Univerzitní studijní programy

Pozorování magnetických domén metodami magneto-optické Kerrovy

mikroskopie a mikroskopie magnetických sil

Magnetic domain observations based on magneto-optical Kerr

microscopy and magnetic force microscopy

Student

Dmitry Markov

Vedoucí bakalářské práce

RNDr. Ing. Aleš Hendrych, Ph.D.

Konzultant:

doc. Ing. Ondřej Životský, Ph.D.

Zadání bakalářské práce

Student: **Dmitry Markov**
Studijní program: B3942 Nanotechnologie
Studijní obor: 3942R001 Nanotechnologie
Téma: **Pozorování magnetických domén metodami magneto-optické Kerrové mikroskopie a mikroskopie magnetických sil**
Magnetic domain observations based on magneto-optical Kerr microscopy and magnetic force microscopy

Jazyk vypracování: čeština

Zásady pro vypracování:

Magnetické vlastnosti nanostrukturovaných látek jsou v posledních letech široce zkoumány zejména z hlediska možných průmyslových aplikací. Mezi vhodné nástroje, které slouží k popisu magnetického chování u různých typů materiálů, patří také pozorování magnetických domén. Jejich uspořádání velmi často úzce souvisí s anizotropií vzorků. Studium magnetických domén se v současné době realizuje na Institutu fyziky při Vysoké škole báňské-Technické univerzitě v Ostravě s pomocí povrchově citlivých metod, mezi které patří magneto-optická Kerrova mikroskopie (MOKM) a mikroskopie magnetických sil (MFM). Cíl práce bude spočívat v analýze povrchových magnetických domén různých typů materiálů, které jsou již nyní využívány v široké škále technických oborů (senzorika, nanotechnologie). Vlastní řešení sestává z následujících částí:

1. Seznámit se s vývojem povrchově citlivých metod, a to mikroskopií založené na magneto-optickém Kerrově jevu (MOKM) a skenující sondě (MFM). Rešerší literatury získat podrobný přehled o možnostech využití obou metod ve vztahu ke studovaným materiálům.
2. Zaškolit a obsluhovat zmíněné techniky na dobře definovaných (referenčních) vzorcích a to i v kontextu využití externího magnetického pole (zejména MFM).
3. Stručně charakterizovat vybrané vzorky materiálů ve formě amorfních a nanokrystalických pásků na bázi Fe a Co, magneticky tvrdých tyčinek FeNbB dopovaných Dy a tenkovrstevných systémů.
4. Porovnání metod MOKM a MFM z pohledu doménové struktury. Detailněji diskutovat možnosti jejich využití ve vztahu k uvedeným materiálům a to i z pohledu zobrazení, rozlišení, časové náročnosti měření a dalších.

Seznam doporučené odborné literatury:

- R. Kubínek, M. Vůjtek, M. Mašláň, Mikroskopie skenující sondou, Univerzita Palackého, Olomouc, 2003.
- P. Samori, Scanning probe microscopies beyond imaging, Wiley-Wch Verlag GmbH, 2006.
- Z. H. Wang, Characterization of nanophase materials, Wiley-Wch Verlag GmbH, 2000.
- O. Životský, L. Klimša, K. Hrabovská, A. Hendrych, K. Postava, Povrchové magnetické vlastnosti nežehnaných a žíhaných FeNbB pásků, Jemná mechanika a optika, 3, 84-88, 2010.
- A. Hubert, R. Schäfer, Magnetic domains - The analysis of magnetic microstructures, Springer, 1998.

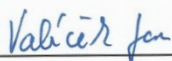
Formální náležitosti a rozsah bakalářské práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.

Vedoucí bakalářské práce: **RNDr. Ing. Aleš Hendrych, Ph.D.**

Konzultant bakalářské práce: doc. Ing. Ondřej Životský, Ph.D.


Datum zadání: 20. 10. 2015

Datum odevzdání: 16. 05. 2016



doc. Ing. Jan Valíček, Ph.D.
vedoucí katedry





prof. Ing. Petr Noskovič, CSc.
prorektor pro studium

Prohlášení

- *Byl jsem seznámen s tím, že na moji bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. -autorský zákon, zejména § 35 - využití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a využití díla školního a § 60 - školní dílo.*
- *Beru na vědomí, že Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava (dále jen VŠB-TUO) má právo nevýdělečně, ke své vnitřní potřebě, bakalářskou práci užít (§ 35 odst. 3).*
- *Souhlasím s tím, že jeden výtisk bakalářské práce bude uložen v Ústřední knihovně VŠB-TUO k prezenčnímu nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího bakalářské práce. Souhlasím s tím, že údaje o bakalářské práci, obsažené v Záznamu o závěrečné práci, umístěném v příloze mé bakalářské práce, budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO.*
- *Bylo sjednáno, že s VŠB-TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona.*
- *Bylo sjednáno, že užít své dílo - bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB-TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB-TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).*
- *Místopřísežně prohlašuji, že celou bakalářskou práci včetně příloh, jsem vypracoval samostatně a uvedl jsem všechny použité podklady a literaturu.*

V Ostravě dne 16.5.2016

Dmitry Markov

Poděkování

Rád bych poděkoval RNDr. Ing. Aleši Hendrychovi, Ph.D. za vedení mé bakalářské práce, cenné rady a neocenitelnou pomoc při měření na mikroskopu magnetických sil. Také bych chtěl poděkovat doc. Ing. Ondřeji Životskému, Ph.D. za pomoc při měření na magneto-optickém Kerrově mikroskopu.

Abstrakt

Bakalářská práce je věnována mikroskopii magnetických sil (MFM) a magnetooptické Kerrově mikroskopii (MOKM), metodám, které jsou v současné době často využívány k pozorování magnetických domén na površích magnetických materiálů. Obě metody jsou v práci detailně popsány s důrazem na jejich princip a konkrétní způsob získání magnetického kontrastu. Jsou také shrnuty jejich hlavní výhody a nevýhody. Praktická část práce zahrnuje ukázky magnetických domén pozorovaných na materiálech s širokým aplikačním využitím. Tvrdé magnetické materiály FeNbB(Tb, Dy) vykazují koercitivní pole až 8 T a jeví se jako slibné v oblasti permanentních magnetů. Dvouvrstvé amorfnní pásy FeNbSiB/FeSiB připravené metodou rovinného lití jsou měkké magnetické materiály s hlavním uplatněním v senzorice. Co₂FeSi Heuslerovy slitiny jsou vyrobeny metodou obloukového tavení ve formě ingotů a vykazují odlišné magnetické vlastnosti v porovnání s běžnými tenkými vrstvami stejného složení.

Klíčová slova: Magnetické domény; Mikroskopie magnetických sil; Magnetooptická Kerrova mikroskopie; FeNbB(Tb, Dy) magnety; FeNbSiB/FeSiB amorfnní pásy; Co₂FeSi Heuslerovy slitiny

Abstract

Bachelor work is devoted to the Magnetic Force Microscopy (MFM) and Magneto-Optical Kerr Microscopy (MOKM), i. e. to the methods that are currently often used for observations of magnetic domains on the surfaces of magnetic materials. Both methods are described in details with emphasis on their principle and concrete way how to obtain the magnetic contrast. Work also summarizes their main advantages and disadvantages. Practical part of work includes examples of magnetic domain patterns observed on materials with broad application potential. Hard magnetic materials FeNbB(Tb, Dy) exhibit the coercive field up to 8 T and seem to be promising in the area of hard magnetic materials. Bilayered amorphous ribbons FeNbSiB/FeSiB prepared by planar flow casting process are soft magnetic materials with main applications in sensorics. Co₂FeSi Heusler compounds are prepared by arc melting process in the form of ingots having different magnetic properties in comparison to the thin film samples of the same composition.

Keywords: Magnetic domains; Magnetic force microscopy; Magneto-optic Kerr microscopy; FeNbB(Tb, Dy) magnets; FeNbSiB/FeSiB amorphous ribbons; Co₂FeSi Heusler compounds

OBSAH

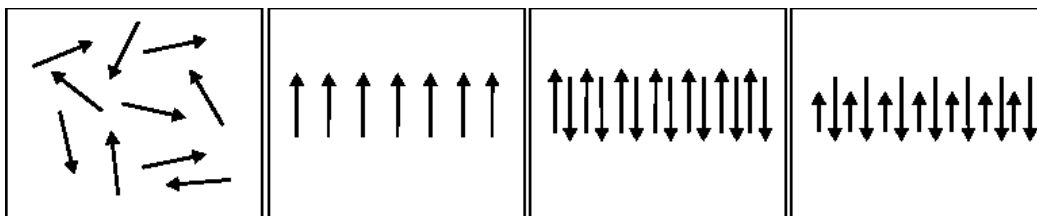
1	Úvod	9
2	Mikroskopie skenující sondou (SPM)	12
2.1	Mikroskopie magnetických sil	12
2.1.1	Magnetická interakce	13
2.1.2	Měřicí režimy, metoda dvojího průchodu	14
2.1.3	Hroty	14
2.2	Ntegra Prima	15
2.2.1	Měřicí princip systému MFM (Ntegra Prima)	16
3	Magnetooptický Kerrův mikroskop (MOKM)	20
3.1	Měřicí princip Kerrova mikroskopu (Zeiss Axio Imager D1m)	21
4	Výsledky a diskuze	23
4.1	FeNbB(Tb, Dy) nanokrystalické slitiny	23
4.2	FeNbSiB/FeSiB pásy	25
4.3	Co ₂ FeSi Heuslerovy slitiny	29
5	Závěr	30
	Literatura	31

1 Úvod

Důkladná znalost povrchové struktury magnetických systémů v mikrometrickém či nanometrickém měřítku je zcela zásadní pro vysvětlení fyzikálních principů a dějů. Uspořádání magnetických domén a doménových stěn poskytuje důležité informace o studovaných magnetických materiálech z pohledu technologického využití. Současný rozvoj materiálového výzkumu v oblastech magnetických senzorů založených na obřím magnetoimpedančním efektu (GMI) [1, 2], senzorů a biosenzorů, využívajících magnetické nanočástice (oxidy železa, ferity manganu, kobaltu, niklu) [3], fluxgate senzorů [4] a dalších, vyžaduje hlubší povědomí o uspořádání magnetických domén a jejich chování vůči vnějšímu magnetickému poli. V mnoha případech je možné toho dosáhnout pouze přímým pozorováním.

Rovněž v této oblasti dochází ke značnému pokroku. Kromě již ustálených experimentálních metod jako jsou Bitter colloid techniky [5, 6], kdy se feromagnetické koloidní suspenze vlivem vnějšího magnetického pole seskupují do charakteristických obrazců (Bitter patterns), lze dále zmínit skenující elektronovou mikroskopii využívající polarizační analýzu (SEMPA) [7], transmisní elektronovou mikroskopii (Lorentzovu mikroskopii) [8], při níž dochází k vychýlení svazku elektronů vlivem magnetického pole vzorku. Další techniky využívají ke studiu doménového uspořádání světelný paprsek. Jde o metody založené na magneto-optickém Kerrově jevu [9], kdy je studována změna v polarizaci dopadajícího a odraženého světelného svazku. Hojně je rovněž využívána mikroskopie v blízkém poli (SNOM). Neopomenutelnou skupinou mikroskopií jsou techniky využívající k měření mechanickou sondou, která skenuje povrchovou vrstvu vzorku. Označujeme je jako mikroskopie skenující sondou (SPM) [10, 11, 12, 13]. Specializovanou odnoží je pak mikroskopie magnetických sil (MFM), která dokáže analyzovat magnetické struktury i pod vlivem vnějšího magnetického pole aplikovaného v rovině (in-plane) nebo kolmo k rovině pozorování (out-of-plane).

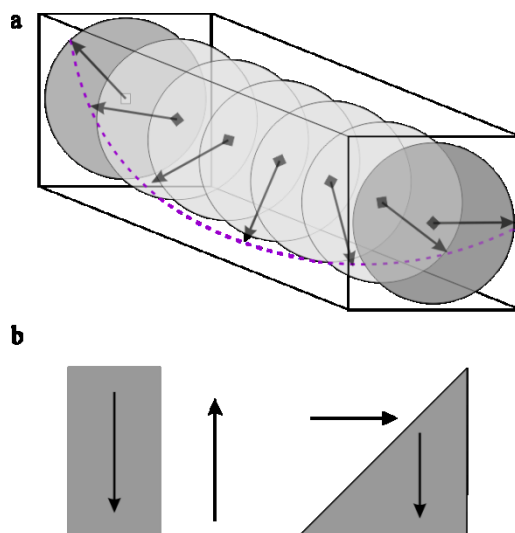
To, že materiály vykazují magnetické vlastnosti souvisí úzce s jejich vnitřní strukturou. Sestávají z atomů, jejichž součástí jsou elektrony, pohybující se kolem nich, přičemž vytváří elementární proudové smyčky. Každý atom může být popsán svým magnetickým momentem, který se skládá z příspěvku orbitálního (odpovídá pohybu elektronu kolem jádra atomu), spinového (odpovídá “vlastnímu, vnitřnímu” magnetickému momentu) a příspěvku vnějšího magnetického pole. Abychom mohli kvantifikovat úhrnný (celkový) magnetický moment v dané látce, zavádíme pojem magnetizace \mathbf{M} . Jde o součet všech magnetických momentů atomů vztažených k objemu materiálu.



Obr. 1 Uspořádání magnetických momentů v látce paramagnetické, feromagnetické, antiferomagnetické a ferimagnetické.

Různé typy materiálů bývají často rozdělovány podle toho, jaká je jejich odezva vůči vnějšímu magnetickému poli. Z tohoto hlediska rozlišujeme látky diamagnetické, paramagnetické, feromagnetické, antiferomagnetické a ferimagnetické, viz obr. 1. Diamagnetismus souvisí s orbitálním pohybem elektronů a je společný všem látkám. V případě umístění diamagnetika do vnějšího magnetického pole bude vytlačován z tohoto pole pryč. Proti směru vnějšího magnetického pole bude totiž působit indukovaný magnetický moment daného materiálu. Paramagnetická látka nepatrně zesiluje vnější magnetické pole. Bez vlivu vnějšího magnetického pole jsou magnetické momenty orientovány zcela nahodile. K částečnému usměrnění magnetických momentů atomů dochází až vlivem vnějšího magnetického pole. U feromagnetických látek lze použitím i slabšího vnějšího magnetického pole vyvolat velmi silnou odezvu magnetických momentů. Od paramagnetik se liší tzv. spontánní magnetizací, kdy se magnetické momenty uspořádávají samovolně (bez vnějšího magnetického pole). Feromagnetismus je jevem souvisejícím s uspořádáním atomů v krystalových mřížkách a jejich vzájemným působením (výměnné interakce).

Zahřeje-li se feromagnetická látka na specifickou teplotu, tzv. Curieovu teplotu, dochází ke změnám v krystalové struktuře a látka se skokem mění na paramagnetikum [14, 15]. Uvedli jsme tedy, že vlivem vzájemných výměnných interakcí mají feromagnetické látky své magnetické momenty uspořádané. O oblastech se stejným uspořádáním magnetických momentů (magnetické momenty mají stejný směr) budeme dále hovořit jako o doménách. Na magnetické domény lze rovněž pohlížet z energetického hlediska.



Obr. 2 (a) Znáornění Blochovy stěny, kde se mění vektor magnetizace při přechodu z jedné domény do druhé. (b) 180° a 90° domény.

Magnetický stav feromagnetika odráží celková energie sestávající z několika typů: výměnná, magnetokrystalová, magnetoelastická a magnetostatická¹. Ukazuje se, že uspořádání do spontánně zmagetovaných oblastí (domén) splňuje podmínku minima úhrnné magnetické energie a je tedy z tohoto pohledu nejvýhodnější. Jednotlivé domény jsou odděleny doménovými stěnami, které chápeme jako oblasti, ve kterých se spojitě mění směr magnetizace [16, 17]. Podle stočení vektoru magnetizace v jednotlivých doménách rozlišujeme doménové stěny např. na 180°, 90°. Tyto přechodové vrstvy jsou označovány jako Blochovy stěny. Celý proces je ilustrován na obr. 2.

Předpoklad existence magnetických domén předložil již na začátku 20. století P. Weiss. Teprve až kvantová fyzika úspěšně vysvětlila původ feromagnetických jevů.

Uspořádání magnetických domén je charakteristické pro daný materiál a je tedy přímým odrazem magnetických vlastností, kterými se zkoumaný vzorek vyznačuje. Abychom vhodně popsali a analyzovali magnetický materiál, je nutné zapojit experimentální techniky, které budou šetrné a neinvazivní. Budou se vyznačovat vysokým rozlišením a značnou citlivostí, příprava vzorků k měření nebude nijak časově náročná a výsledný magnetický obraz bude reprodukovatelný. Proto se tato práce bude věnovat mikroskopickým metodám, z nichž je první založena na magneto-optickém Kerrově jevu využívající speciálně upravený polarizační mikroskop (MOKM), a druhá využívá k měření pohybu mechanické sondy s magnetickým pokryvem (SPM-MFM). Obě techniky jsou citlivé pouze k povrchu měřených vzorků. Jejich využití bude demonstrováno na různých typech materiálů jako jsou rychle ztuhlé amorfní FeNbSiB/FeSiB slitiny, pevné magnety FeNbB(Tb, Dy) a Co₂FeSi Heuslerovy slitiny.

¹ Tato část energie, někdy označovaná jako demagnetizační, je z pohledu tvorby magnetických domén nejdůležitější.

Koncept bakalářské práce lze rozdělit do dvou velkých celků. V první části je diskutován měřicí princip MFM i MOKM se zřetelem ke konkrétnímu typu přístroje, který byl k měření využit. Druhá část je pak věnována doménové struktuře výše zmíněných materiálů. Je diskutována z pohledu MFM i MOKM. Součástí je i porovnání obou technik z hlediska vlastního přínosu, limitace měření, reprodukovatelnosti výsledků.

2 Mikroskopie skenující sondou (SPM)

Jde o soubor mikroskopických technik, které ke studiu materiálů využívají pohybu mechanické sondy, která dokáže mapovat povrchové vrstvy s atomárním rozlišením. Při pohybu sondy, tzv. skenování, při kterém je nabírána informace z každého řádku, dochází k postupnému sestavení výsledného topografického snímku. Odtud je odvozen i název, který zahrnuje celou škálu technik, využívajících skenující sondu (SPM – scanning probe microscopy). Fyzikální princip každé z nich pak odráží, ve většině případů, pouze typ interakce, ke které mezi povrchem vzorku a měřicí sondou dochází. Krátký výčet je uveden v tabulce 1 (česká terminologie je již dobře vžitá, nicméně jejich názvy uvádíme v originálním jazyce).

Tabulka 1: Přehled nejdůležitějších metod založených na skenující sondě [18].

Scanning tunneling microscope (1981)	G. Binnig, H. Rohrer	atomární rozlišení vodivých povrchů
Scanning near-field microscope (1982)	D. W. Pohl	laterální rozlišení 50 nm
Scanning capacitance microscope (1984)	J. R. Matey, J. Blanc	laterální rozlišení 500 nm
Scanning thermal microscope (1985)	C. C. Williams, H. K. Wickramasinghe	laterální rozlišení 50 nm
Atomic force microscope (1986)	C. Binnig, C. F. Quate, Ch. Gerber	atomární rozlišení vodivých/nevodivých povrchů
Magnetic force microscope (1987)	Y. Martin, H. K. Wickramasinghe	laterální rozlišení 100 nm (magnetické vzorky)
Electrostatic force microscopy (1987)	Y. Martin, D. W. Abraham, H. K. Wickramasinghe	detekce elektrických nábojů

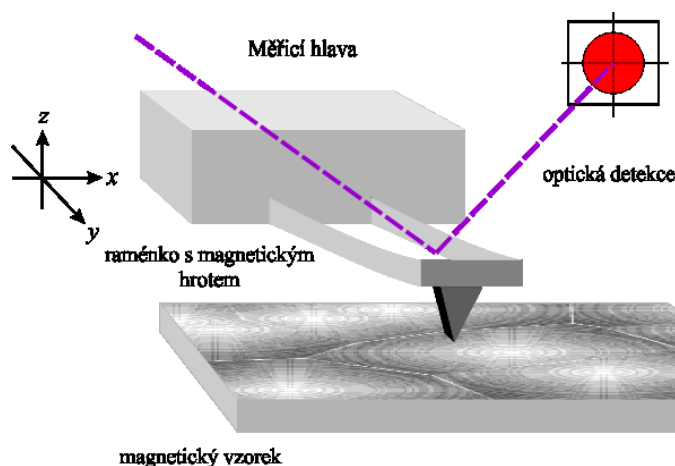
Vzhledem ke koncepci práce se však budeme zabývat pouze mikroskopií magnetických sil (MFM). Doplňující informace lze nalézt např. v těchto publikacích [18, 19, 20].

2.1 Mikroskopie magnetických sil (MFM)

Jde o typ skenující mikroskopie, u které primárně nedochází ke kontaktu se vzorkem. Ukázalo se, krátce po představení mikroskopu atomárních sil (AFM) v roce 1986 Binnigem, Quatem a Gerberem [21], že lze obdobný princip využít i pro detekci magnetických interakcí. V roce 1987 přicházejí Martin a Wickramasinghe [22] s myšlenkou studia magnetických materiálů s pomocí upravené sondy, která by byla schopna zachytit magnetické síly dalekého dosahu. Jednoduchou úpravou sondy, kterou vyrobili z feromagnetického materiálu a na

jednom konci zaostřili (rádius okolo 50 nm) byli schopni dosáhnout rozlišení v řádu stovek nanometrů. Tato úspěšná realizace magnetického mapování povrchu proběhla na magnetické nahrávací hlavě, přičemž k detekci byla použita interferometrická metoda. Ve stejném roce využívají Sáenz a kol. podobného principu odvozeného od techniky AFM ke studiu magnetických interakcí v submikronovém měřítku [23].

S jistou mírou nadsázky je možné říci, že MFM je AFM s magnetickým pokryvem sondy (přesněji řečeno měřicího hrotu). Využívá se v podstatě rozptylového magnetického pole vzorku, které při pohybu sondy po povrchu ovlivňuje výslednou magnetickou sílu působící na hrot. Výchylka sondy je pak opticky převáděna k dalšímu zpracování v počítači. Koncepční schéma MFM je ukázáno na obrázku 3.



Obr. 3 Obecné schéma MFM mikroskopu.

2.1.1 Magnetická interakce

MFM je schopna detekce působící magnetické síly (gradientu síly), která je dalekodosahovou silou zodpovědnou za vykreslení magnetického obrazu při interakci magnetického hrotu a magnetického vzorku. Zmagnetovaný hrot se přibližuje do vnějšího magnetického pole vzorku a vzniká potenciální energie (zmagnetovaného hrotu vůči magnetickému poli vzorku). Tento potenciál lze popsat následujícím výrazem

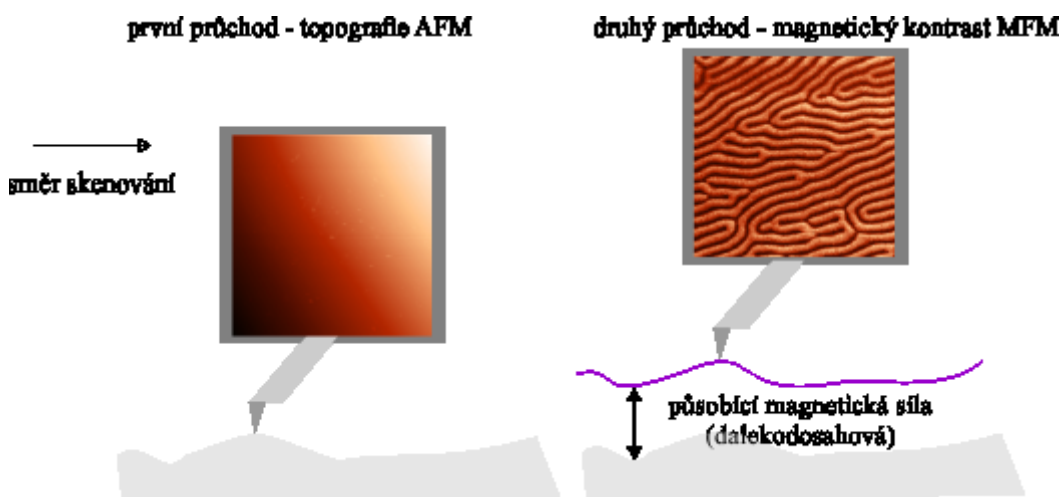
$$E = -\mu_0 \int \mathbf{M}_{\text{hrot}} \mathbf{H}_{\text{vzorek}} dV_{\text{hrot}} ,$$

kde \mathbf{M}_{hrot} je magnetizace hrotu, $\mathbf{H}_{\text{vzorek}}$ je intenzita magnetického pole vzorku, přičemž se integruje přes celý objem hrotu. Vzhledem ke komplexnosti a náročnosti teoretických modelů, které tuto problematiku řeší, je možné podrobnější informace nalézt např. zde [24, 25].

2.1.2 Měřicí režimy, metoda dvojího průchodu

V zásadě lze MFM měření koncipovat ve statickém (DC) nebo dynamickém (AC) režimu. Statický režim zobrazuje výchylku raménka jako funkci polohy. Častěji využívaný režim dynamický využívá k měření změn rezonanční frekvence raménka [26]. Podstata měření bude důkladněji vysvětlena dále.

Jak již bylo poukázáno, magnetickou sílu, která působí mezi hrotem a vzorkem z magnetického materiálu, chápeme jako sílu dalekodosahovou. Ve vzdálenostech, které bereme v potaz (stovky nanometrů), existuje široká škála „atomárních“ sil (kapilární, kvantově-mechanické, van der Waalsovy, elektrostatické), které výsledný magnetický obraz mohou ovlivnit. Je proto nutné tyto „parazitní“ síly odseparovat. Existuje několik přístupů, jak toho dosáhnout. Nejrozšířenějším způsobem je metoda dvojího průchodu („two-pass nebo lift metoda“). V prvním kroku jde o proměření vzorku klasickým AFM v semikontaktním režimu. Jakmile dojde ke zmapování celého povrchu, takto získaná topografie je uložena v počítači mikroskopu. Abychom pak získali již neovlivněný obraz působení magnetické síly, je nutné zvednout hrot do takové vzdálenosti od povrchu, ve které už budou detekovány jen čistě magnetické síly (dalekodosahové). V tomto druhém kroku pak systém na této vzdálenosti proskenuje opět celý povrch podle dříve uložené topografie. Celé schéma je znázorněno na obrázku 4.



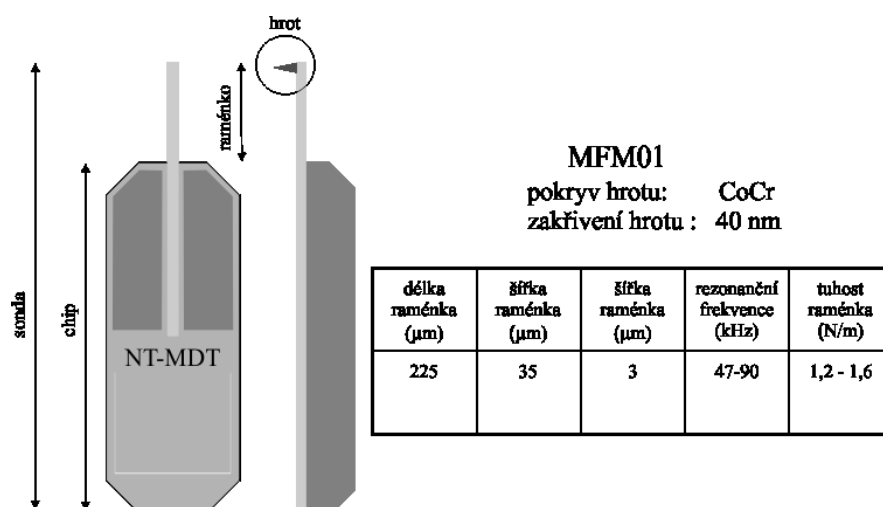
Obr. 4 Nákres metody dvojího průchodu.

2.1.3 Měřicí hroty

Jednou z nejdůležitějších součástí měřicího systému každého MFM mikroskopu jsou měřicí hroty. Musí zajistit dostatečné rozlišení s přihlédnutím k vhodnému magnetickému signálu. V dnešní době se již hroty vyrábějí komerčně dostupnými technikami jako je elektronová depozice, rozklad žhavením či bombardování ionty

Ar⁺. Hrot sestává ze základny pyramidálního typu tvořené křemíkem, na níž je napařena feromagnetická vrstva např. CoCr, CoCrPt, NiFe.

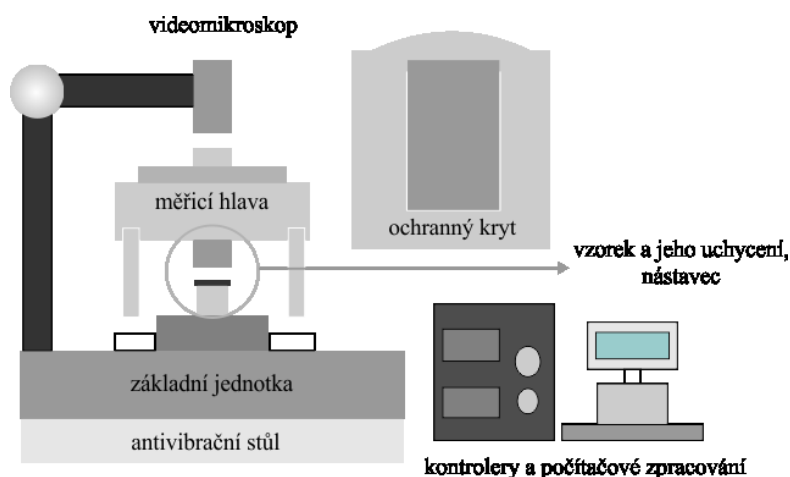
Na obrázku 5 je uveden typ magnetických hrotů, se kterými byly vzorky naměřeny včetně důležitých charakteristik.



Obr. 5 Schematické znázornění měřicí sondy včetně důležitých charakteristik použitého hrotu (výrobce NT-MDT, Rusko).

2.2 Ntegra Prima

Ntegra Prima je modulární systém mikroskopu skenující sondou SPM firmy NT-MDT (obr. 6). Je možno využít přes 40 metod, které umožňují analyzovat fyzikální a chemické vlastnosti povrchů s vysokou přesností a značným rozlišením. Realizace experimentů může probíhat za normálních podmínek na vzduchu, ale i ve vodě. V případě použití krycí masky můžeme zkoumat látky za nízkého tlaku. Lze měřit různé typy materiálů a dle potřeby měnit jednotlivé techniky. Při vhodném nastavení mikroskopu lze využít Kelvinovu mikroskopii, mikroskopii laterálních sil, mikroskopii magnetických či elektrostatických sil a jiné. Obrovskou výhodou je možnost měřit magnetické materiály v externím magnetickém poli v rovině vzorku i kolmo k ní. Popis bychom však spíše směřovali k technice MFM.

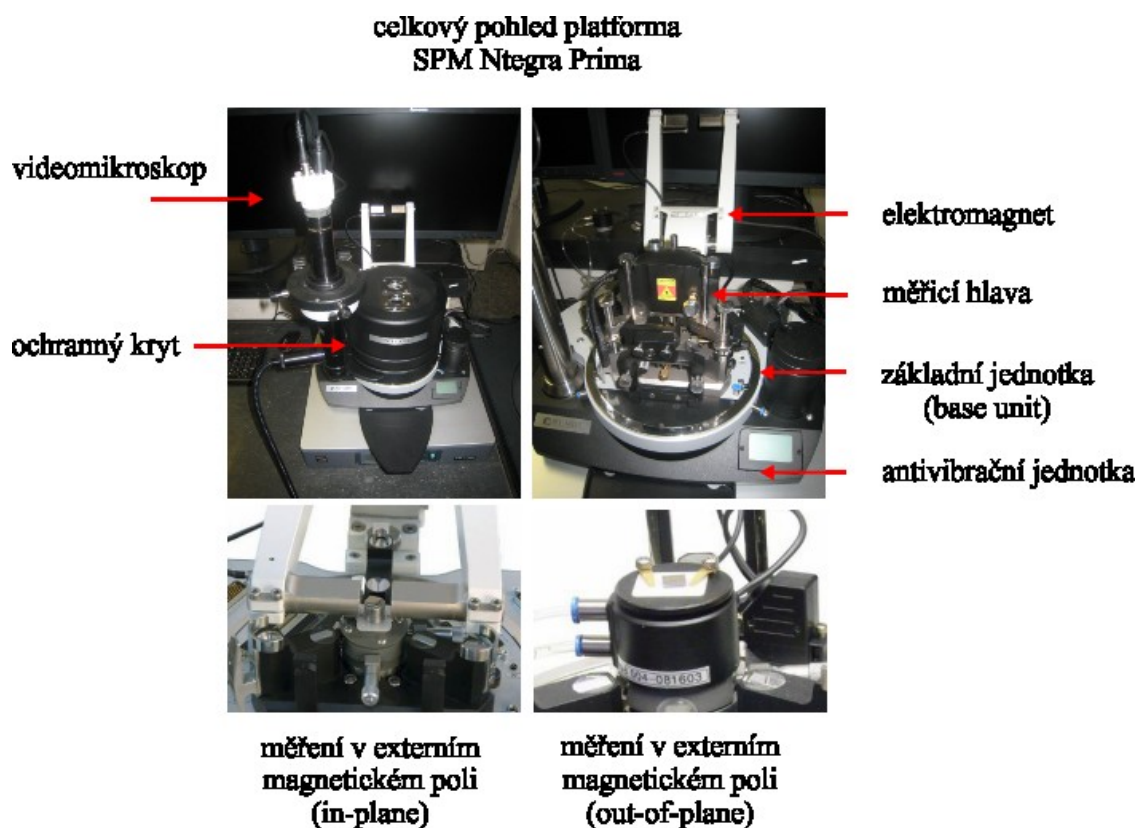


Obr. 6 Univerzální systém SPM Ntegra Prima (výrobce NT-MDT, Rusko)

Nejdůležitější komponentou je **měřicí hlava**. Používáme hlavu vyrobenou z nemagnetických materiálů, která obsahuje světelný zdroj (červený laser 650 nm) a kvadrantový detektor, skener z piezo-materiálu a lůžko k uchycení hrotu (držák celé sondy). Ke skenování dochází pouze měřicí hlavou (nemáme k dispozici systém pro skenování vzorkem).

Kontrolní jednotky systému ovládají základní jednotku, propojení mezi všemi prvky, zpracování a vyhodnocení signálu. Rovněž ovládají elektromagnet pro možnost měření v externím magnetickém poli.

Měření v externím magnetickém poli lze realizovat v rovině vzorku (in-plane), přičemž lze dosáhnout maximálního pole až 2 kGauss, což odpovídá zhruba 0,2 T nebo 2000 Oe (záleží na typu pólových nástavců a jejich vzdálenosti od sebe). Můžeme měřit i v rovině kolmé ke vzorku (out-of-plane) s maximální hodnotou magnetického pole 1 kGauss.



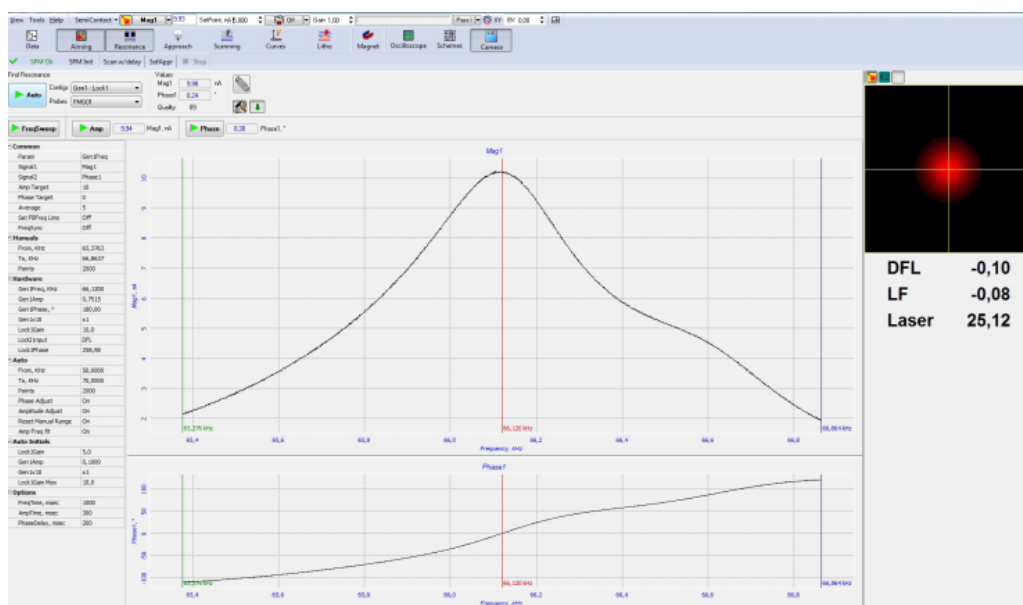
Obr. 7 SPM Ntegra Prima.

2.2.1 Měřicí princip systému MFM (Ntegra Prima)

Veškerá měření probíhala za normálních podmínek v semikontaktním měřicím režimu, při kterém hrot občas „poklepe“ na povrch vzorku. Byly využity komerčně dostupné hroty s CoCr povlakem viz kap. 2.1.3. V dalším textu bychom stručně popsali, jakým způsobem byla data získána.

A Nastavení rezonanční frekvence

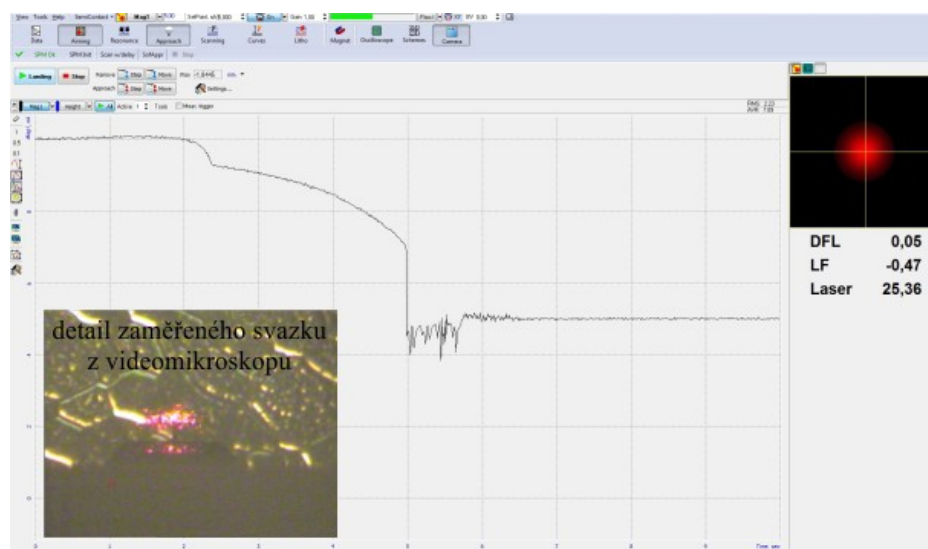
Generátorem (součást kontroleru systému) se přivádí střídavé napětí do piezoelementu, který je umístěn v lůžku držáku hrotu (součást měřicí hlavy). Generátor mění frekvenci raménka, přičemž se mění amplituda oscilací. Automatický režim pak vybere tu frekvenci, při které byla amplituda oscilací nejvyšší = rezonanční frekvenci. Většinou je rozmezí frekvencí, ve kterých se hledá maximální amplituda už dána parametry daného hrotu, které si lze z nabídky vybrat.



Obr. 8 Nastavení rezonanční frekvence.

B Přiblížení hrotu ke vzorku

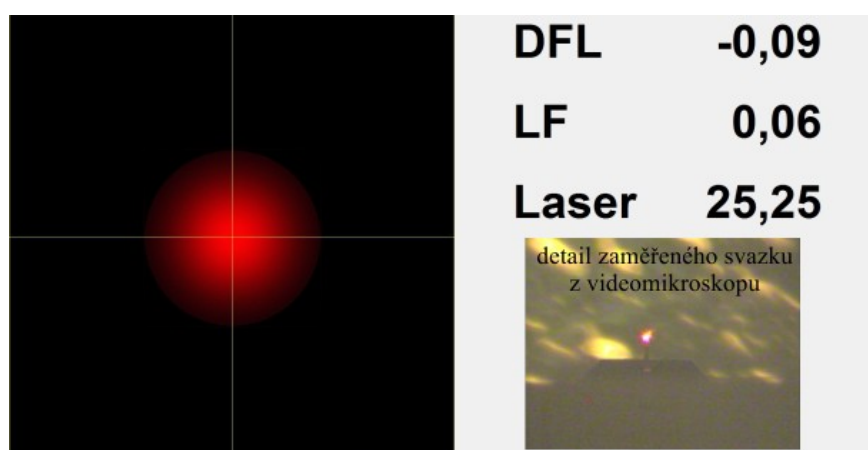
Vlastní přiblížení – interakce – hrotu a vzorku probíhá kontrolovaně pomocí krokového motorku. Proces přistání hrotu na vzorku se označuje jako landing.



Obr. 9 Proces přistání hrotu v daném nastavení set-pointu.

C Magnituda, set-point

Raménko kmitá s určitou amplitudou. Systémem pákové detekce dopadá laserový svazek na fotodiodu (kvadrantový detektor). Zde generuje proud. A protože raménko kmitá, kmitá i laserový ukazatel (spot) nahoru a dolů po diodě. Zavádí se pojem tzv. magnitudy, která vyjadřuje to, jak moc se od středu diody vychyluje laserový svazek, což vlastně můžeme chápat i tak, jak moc se od středové polohy při měření vychyluje samotné raménko.



DFL - rozdílový signál mezi vrchní a spodní polovinou kvadrantového detektoru
LF - rozdílový signál mezi levou a pravou polovinou kvadrantového detektoru
Laser - celkový signál přicházející ze 4 segmentů, který je úměrný intenzitě laserového svazku odraženého z raménka.

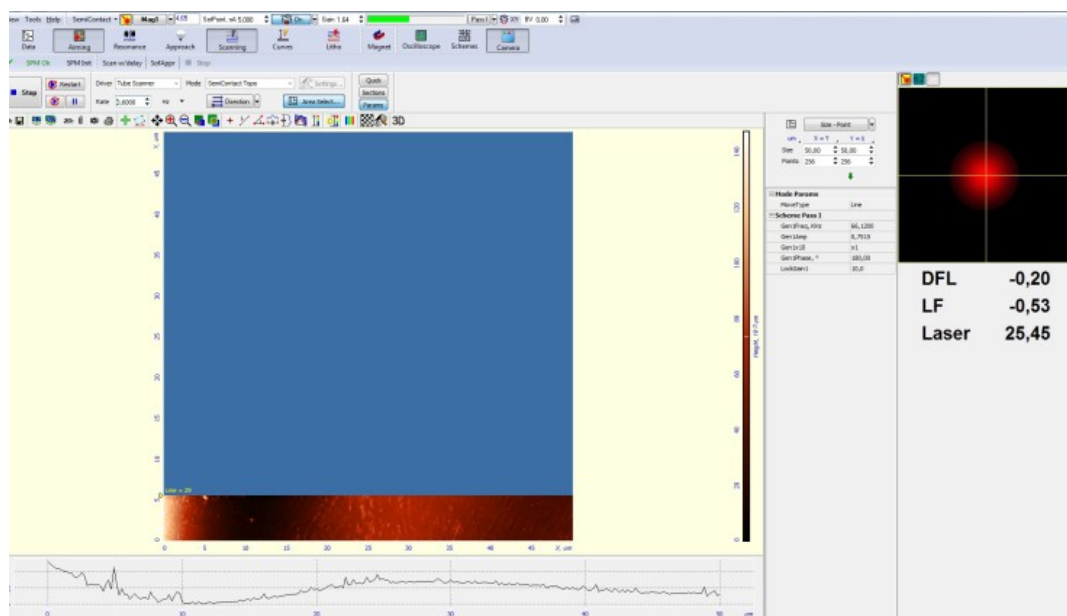
Obr. 10 Nastavení laserového spotu do středu kvadrantového detektoru.

Důležitým pojmem je set-point. Říká systému, na jaké hodnotě udržovat magnitudu. Nastavuje v závislosti na magnitudě útlum vibrací raménka. Jinými slovy, jde o ukazatel toho, jak moc hrot „tluče“ do vzorku. Má-li raménko například amplitudu vibrací (výkmit) 50 nm a bude-li vzdálen od povrchu vzorku

přes 60 nm, jsme mimo kontakt. Ale ve vzdálenosti 40 nm už bude hrot s povrchem vzorku interagovat, což se projeví snížením amplitudy a tedy i magnitudy. Pokud bychom byli ve vzdálenosti 20 nm, hrot bude tlouci do vzorku daleko silněji a amplituda/magnituda bude utlumená ještě znatelněji.

D Vlastní měření-skenování

Mějme například magnitudu (generovaný proud na diodě) na hodnotě 10 (nA), což je tedy údaj, při kterém byla za dané frekvence naměřena nejvyšší amplituda kmitů. Nastavíme set-point zhruba na poloviční hodnotu magnitudy (vhodná hodnota pro interakci mezi hrotem a vzorkem), tedy na 5. Jakmile spustíme přiblížení hrotu ke vzorku (landing), skener se v ose z vytáhne na maximální hodnotu a krokový motorek přibližuje hrot k povrchu. Když systém zaznamená snížení amplitudy/magnitudy, přepne na pomalejší chod. Snižování magnitudy dále pokračuje až na hodnotu danou set-pointem. Zde se motorek posune ještě o něco málo, aby byl skener vytažen zhruba do poloviny svého rozsahu. Spustíme vlastní měření. Hrot kmitá (poklepává) po povrchu a narazí na vyvýšeninu. To znamená, že je vzorek o např. 50 nm blíže ke hrotu než předtím, nemá tolik prostoru ke kmitání, čím se logicky sníží amplituda/magnituda. Snížení se zaregistruje a pomocí zpětné vazby zareaguje skener tím, že se stáhne, čímž se hrot dostane do původní polohy. Rovněž amplituda/magnituda nabudou své původní hodnoty v set-pointu.



Obr. 11 Nabírání obrazu – vlastní proces skenování povrchu vzorku.

Abychom však získali magnetický kontrast, byli schopni změřit magnetické vlastnosti materiálů, je potřeba využít metody dvojího průchodu. První krok, kdy je získána informace o topografii vzorku, jsme popsali výše. V počítači se topografie uloží. Systém pak v druhém kroku zvedne raménko s hrotem o definovanou vzdálenost (v ose z), u které již předpokládáme, že hrot bude „cítit“ převážně

dalekodohovou magnetickou sílu a kopíruje uloženou topografii znovu. Výsledkem však je již obraz magnetického uspořádání vzorku. MFM obrázek chápeme jako rozdíl fáze kmitů hrotu a fáze generátoru, který ho rozkmitává. Pokud je hrot mimo působení magnetických sil, kmitá se stejnou frekvencí (fází), kterou jej budí generátor. Ve chvíli, kdy začnou působit magnetické síly, dojde k fázovému posunu mezi hrotem a generátorem (jeden se předbíhá vůči druhému). Tento fázový rozdíl je vyjádřen ve stupních, přičemž je každému rozdílu systémem přiřazena barva (paleta), ze které se pak sestavuje celkový magnetický obraz.

3 Magneto-optický Kerrův mikroskop (MOKM)

Tento typ mikroskopických technik využívá magneto-optického Kerrova jevu [27], což je ve své podstatě metoda, při které na magnetický vzorek dopadá lineárně polarizované světlo a odráží se od povrchu zkoumaného systému. Interakcí světelného svazku s vnitřní strukturou materiálů dochází ke změně polarizace dopadajícího světla. Tato změna (stáčení) roviny polarizace se převádí do zobrazení magnetických domén a je počítačově zesílena.

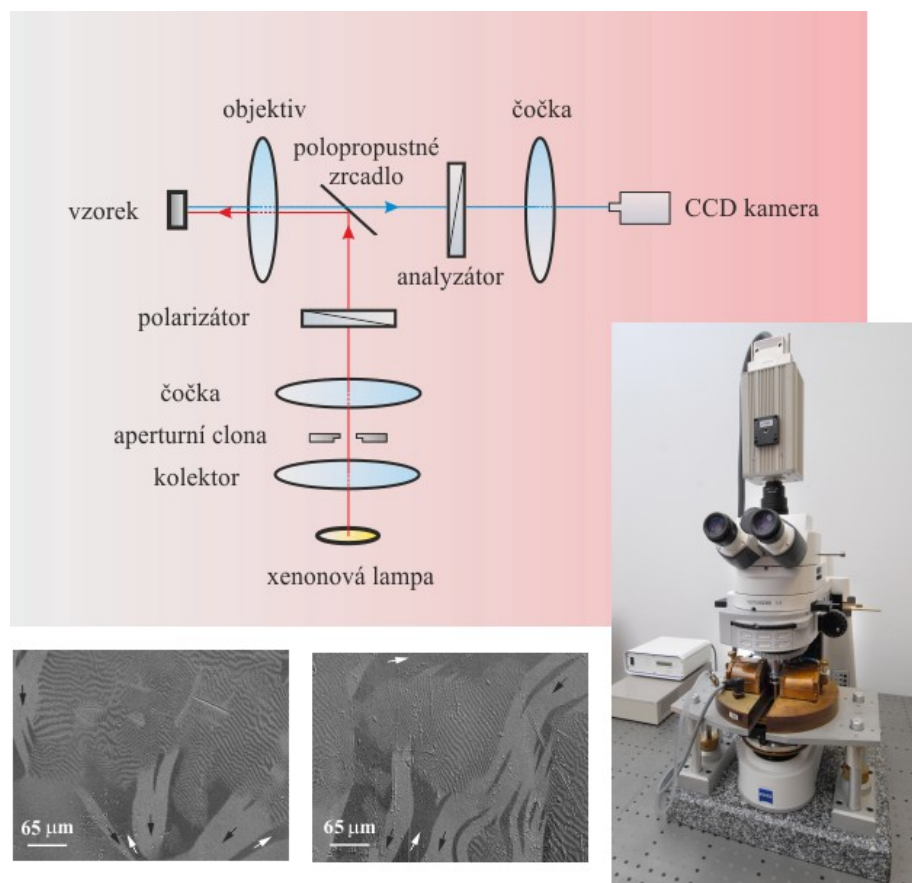
Většina komerčně dostupných mikroskopů, využívajících Kerrův jev k měření magnetických domén, jsou mikroskopy optické-polarizační. Využívají Köhlerův osvětlovací princip pro homogenní osvětlení měřené oblasti s co nejlepším rozlišením. Světelným zdrojem bývají nejčastěji xenonové lampy. Emitované bílé světlo je zobrazeno do roviny aperturní clony díky kolektorovým čočkám, prochází dalšími optickými prvky (filtry, irisová clonka) a je polarizátorem lineárně polarizováno (dle potřeby s nebo p polarizace). Odráží se od polopropustného zrcadla a skrze objektiv dopadá na vzorek. Světelný svazek po odrazu ze vzorku prochází přes analyzátor a je zobrazen v nekonečnu. Výsledný obraz je pak pozorován okulárem nebo CCD kamerou a přenesen do počítače k dalšímu zpracování (obr. 12).

Změny v polarizaci reflektovaného světla se pozorují v závislosti na magnetickém poli, které generuje elektromagnet chlazený vodou s vyměnitelnými pólovými nástavci. Ovládání magnetu řídí software Labview pomocí zdroje KEPCO. Velikosti intenzit magnetických polí přehledně znázorňuje tabulka 2.

Tabulka 2: Typy magnetů a intenzity generovaných polí (převzato z [28]).

Magnetické pole generované rovnoběžně s povrchem vzorku		
Vzduchová cívka, Velikost mezery 38 mm	$H_{\max} = 400 \text{ Oe}$	$I = 4 \text{ A}$
Pólové nadstavce na menší pole Vzdálenost mezi póly 25 mm	$H_{\max} = 3500 \text{ Oe}$	
Pólové nadstavce na větší pole Vzdálenost mezi póly 12,5 mm	$H_{\max} = 6000 \text{ Oe}$	

Aperturní clona, jejímž zavíráním a otvíráním se kontroluje světelná intenzita i úhel dopadu, je esenciální součástí mikroskopu. Nastavení, kterého se využívá pro zobrazení magnetických domén, využívá tzv. konoskopického obrazu. Je to obraz (vypadá jako „maltézský kříž“), kdy jsou polarizátor a analyzátor vůči sobě vhodně zkříženy (metoda zkřížených polarizátorů). Vhodným posuvem světelného svazku aperturní clonou lze v konoskopickém obraze vybrat komponentu vektoru magnetizace, ke které bude mikroskop při měření citlivý (longitudinální a transversální – složky vektoru magnetizace v rovině vzorku, polární komponenta – složka vektoru magnetizace kolmá na rovinu vzorku).

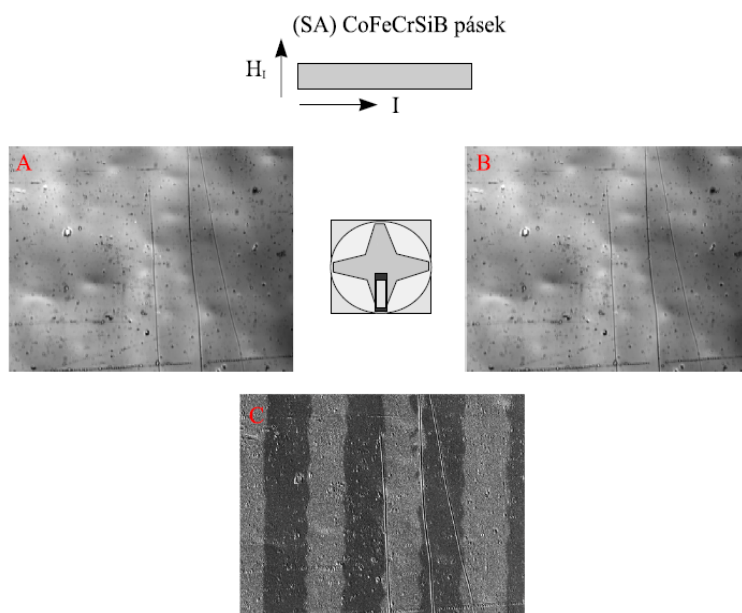


Obr. 12 Uspořádání optických prvků a celkový pohled na mikroskop využívající Kerrův jev k měření magnetických domén (vlevo dole) na příkladě amorfního kovu FINEMET.

3.1 Měřicí princip Kerrova mikroskopu Zeiss Axio Imager D1m

V prvním kroku je pořízen snímek povrchu vzorku stejně jako při klasickém pozorování optickým mikroskopem. Po zapnutí magnetického pole generovaného elektromagnetem se vzorek nasatí (všechny magnetické momenty se natočí do směru magnetického pole). Takový obrázek (označený A, viz obr. 13) se uloží do paměti počítače. Snižováním magnetického pole dochází k pozvolnému rozpadu magnetických momentů, které zaujímaly stejný směr, do oblastí s nejvýhodnější energetickou bilancí (domén). V každém okamžiku je snímek v daném magnetickém poli odečítán od snímku uloženého v paměti počítače až do remanence (B), kdy je magnetické pole vypnuto. Odečtením obrázku A a B lze

v reálném čase získat rozložení doménové struktury (C), která je typická pro různé materiály.



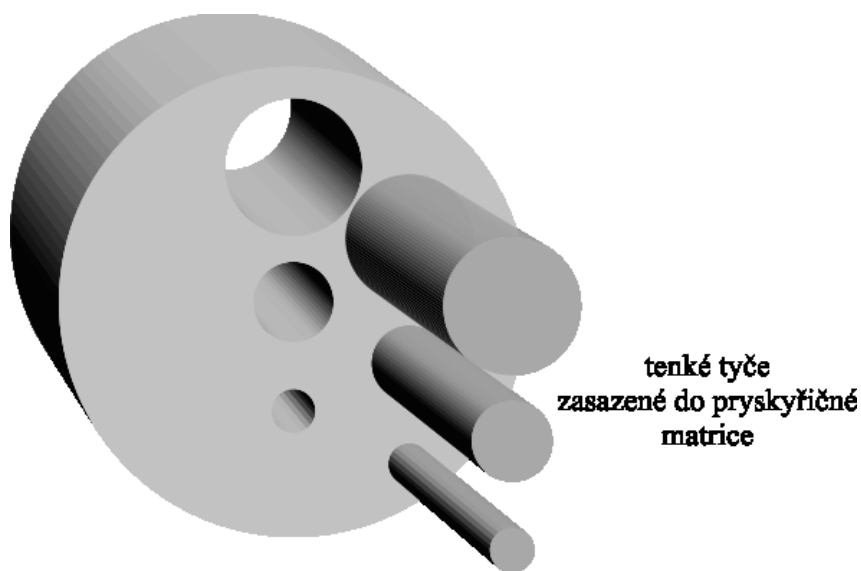
Obr. 13 Znázornění magnetických domén. Pro konkrétní měření byla aperturní clonou vybrána longitudinální komponenta magnetizace (v maltézském kříži dole). Do pásku byl navíc pouštěn elektrický proud, přičemž bylo generováno „vnitřní“ magnetické pole H_I kolmo na směr proudu. Výsledná doménová struktura odráží příčnou anizotropii v amorfním CoFeCrSiB pásku, která vznikla v důsledku tahového napětí aplikovaného během žíhání. Převzato z [29].

4 Výsledky a diskuze

Demonstrovat možnosti obou představených experimentálních zařízení budeme na třech zástupcích magnetických materiálů. První z nich jsou magneticky tvrdé ternární slitiny na bázi FeNbB(Tb, Dy) obohacené kovy vzácných zemin terbiem a dysprosiem. Druhým typem jsou dvouvrstvé amorfnní pásy na bázi FeNbSiB/FeSiB a třetím typem budou Heuslerovy slitiny na bázi Co_2FeSi připravené ve formě ingotů. Všechny zmíněné typy materiálů mají široké uplatnění v technické praxi (počítačová technika, záznamová média, elektrotechnika, senzorika, spintronika, tvarová paměť a jiné).

4.1 FeNbB(Tb, Dy) nanokrystalické slitiny

Tyto slitiny mají aplikační potenciál v oblasti permanentních magnetů. Vyrábí se technikou podtlakového nasátí ingotů FeNbB(Tb, Dy) připravených metodou obloukového tavení. Koercitivní pole takto vyrobených magnetů dosahuje hodnoty až 8 T, což je jedna z nejvyšších hodnot dosažených u objemových materiálů. Naše vzorky byly dodány ve formě tenkých tyčí různého průměru (2 mm, 1 mm, 0,5 mm), které byly zalaty do bloku, seříznuty a vyleštěny (obrázek 14). Jedná se o dlouhodobou spolupráci s kolegy ze Slezské univerzity v Katovicích, kteří technologii výroby patentovali a publikovali jejich strukturní a magnetické vlastnosti [30, 31]. Doménová struktura pořízená AFM/MFM resp. MOKM pro jednotlivé průměry tyčí v případě FeNbBDy je na obrázku 15 resp. 16.

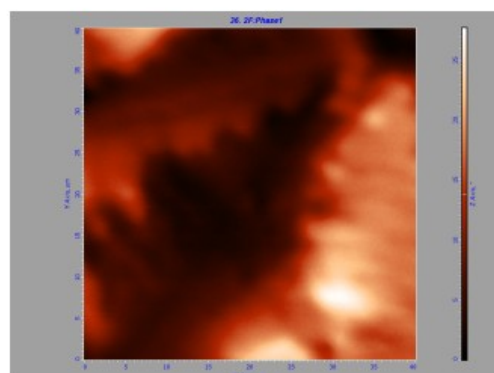
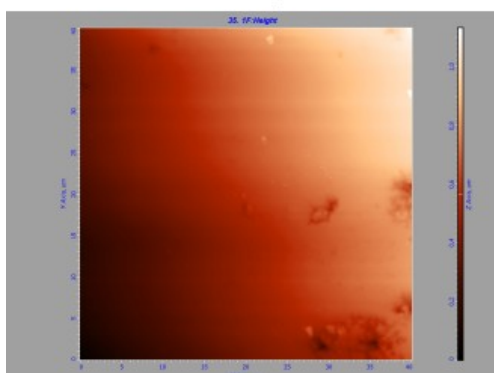


Obr. 14 Uchycení tyčí do amorfnní matrice. Největší průměr okolo 2 mm, střední 1 mm a nejmenší 0,5 mm.

AFM

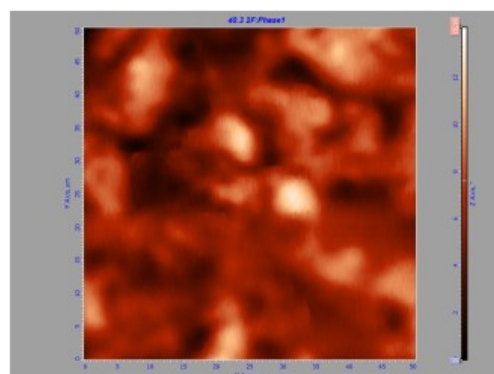
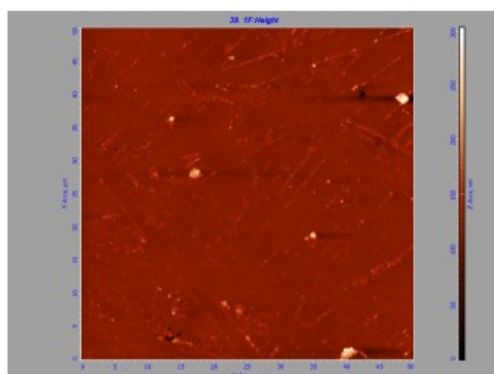
MFM

40x40 μm



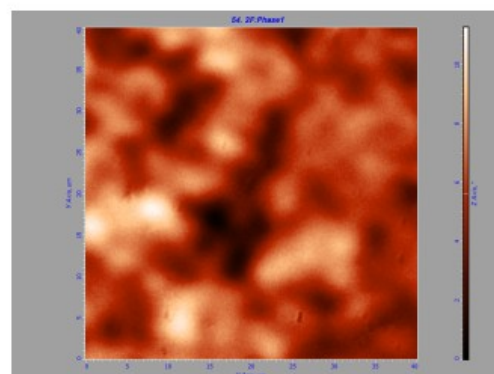
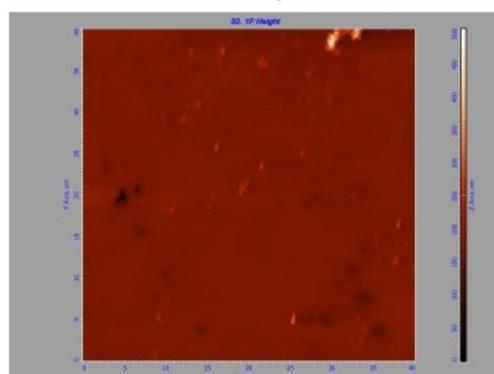
největší průměr

50x50 μm



střední průměr

40x40 μm

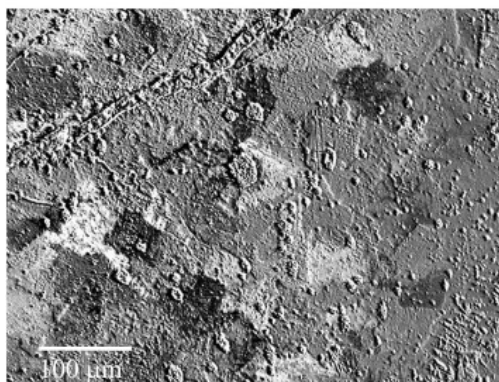


nejmenší průměr

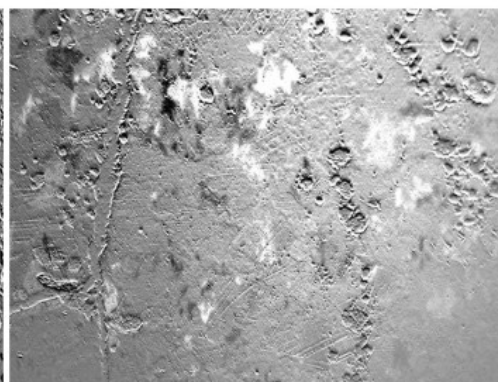
Obr. 15 Magnetické domény FeNbBDy rozdílného průměru. Levý sloupec znázorňuje topografii, pravý sloupec výsledný magnetický kontrast.

MOKM

velký průměr



střední průměr



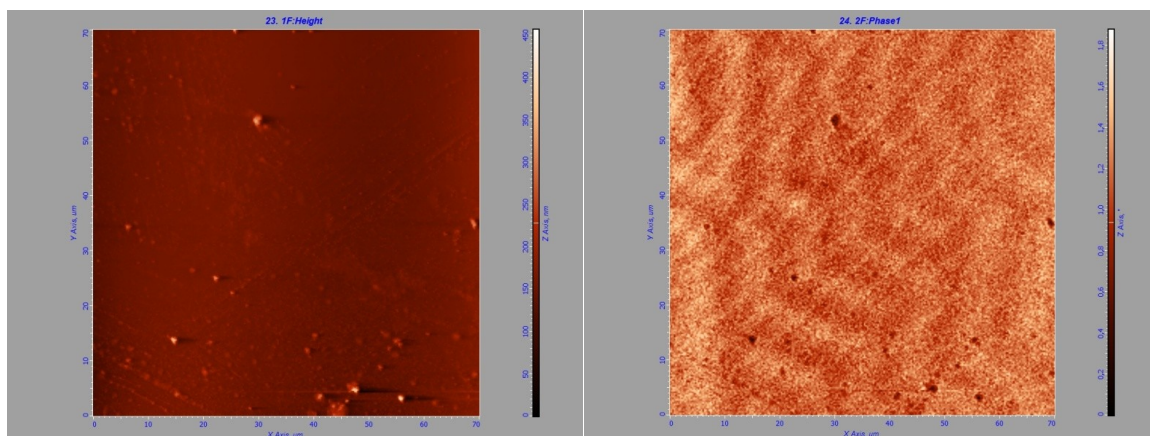
Obr. 16 Magnetické domény permanentních magnetů rozdílného průměru. Malý průměr již nebylo možné změřit, proto jej zde neuvádíme.

Jak MFM, tak MOKM snímky reflektují kolmou anizotropii, která byla vytvořena v procesu přípravy vzorků. Rovněž lze dokumentovat závislost velikosti domén na průměru tyče. Velikost domén klesá se zmenšujícím se průměrem a dochází k nárůstu anizotropního pole, což znamená, že k nasycení je potřeba větší magnetické pole. Ukazuje se, že metoda MOKM není k měření doménové struktury tvrdých magnetických materiálů příliš vhodná. Vysoké magnetické pole nezbytné k nasycení vzorku totiž díky Faradayově jevu negativně ovlivňuje optické komponenty mikroskopu, zejména objektiv. Domény jsme tedy získali jen v určitých místech na povrchu. Nejlepší kontrast je pozorován v případě největšího průměru tyče, naopak nejmenší průměr vyžaduje díky vysokému anizotropnímu poli aplikaci silnějšího magnetického pole a magnetické domény jsme z výše zmíněných důvodů nepozorovali. Oproti tomu MFM nemá díky své konstrukci žádné zatížení v podobě optických prvků, které by byly ovlivněny magnetickým polem. Ovšem i zde vzhledem k limitu maximální velikosti magnetického pole generovaného elektromagnetem v rovině vzorku nejsme schopni dosáhnout saturačního pole. Magnetický kontrast MFM byl dosažen bez použití externího magnetického pole.

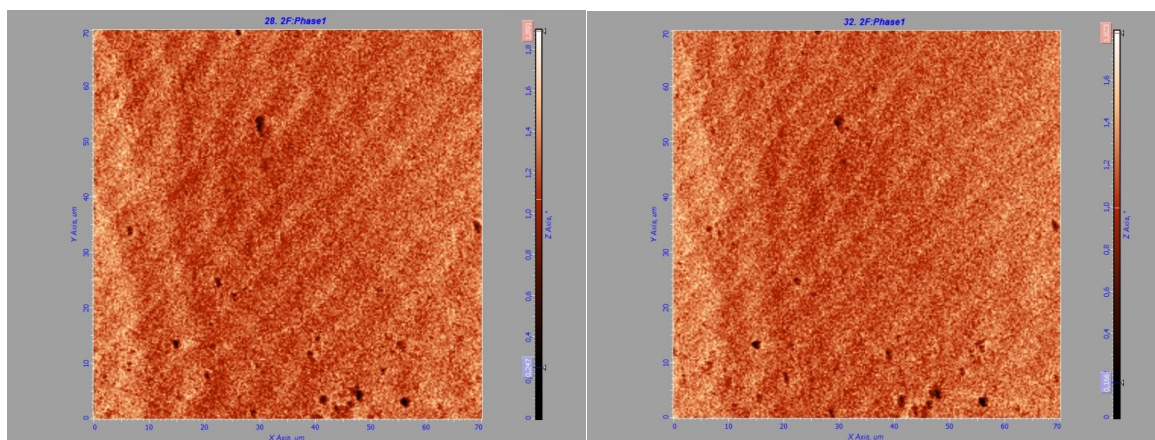
4.2 FeNbSiB/FeSiB pásy

Tyto materiály jsou připravovány metodou rovinného lití (PFC – planar flow casting) ve formě pásků. Tavenina požadovaného složení, která je indukčně ohřívána, se pomocí tlaku plynu nastříkává na rotující buben, kde dochází k prudkému ochlazení. Obdobně lze realizovat i produkci dvouvrstvých pásků. Používají se taveniny s rozdílnými hodnotami magnetostrikce, které při nástřiku na rotující buben vytvoří materiál požadovaných vlastností. Používají se zejména jako magnetické senzory, jejichž citlivost může být touto cestou vyladěna. Důležitou charakteristikou při studiu magnetických vlastností je to, zda se měří na tzv. matné straně, což je strana, která při nástřiku přiléhala k povrchu bubnu, nebo na lesklé straně, což je strana, která je při přípravě v kontaktu s okolní atmosférou. V našem

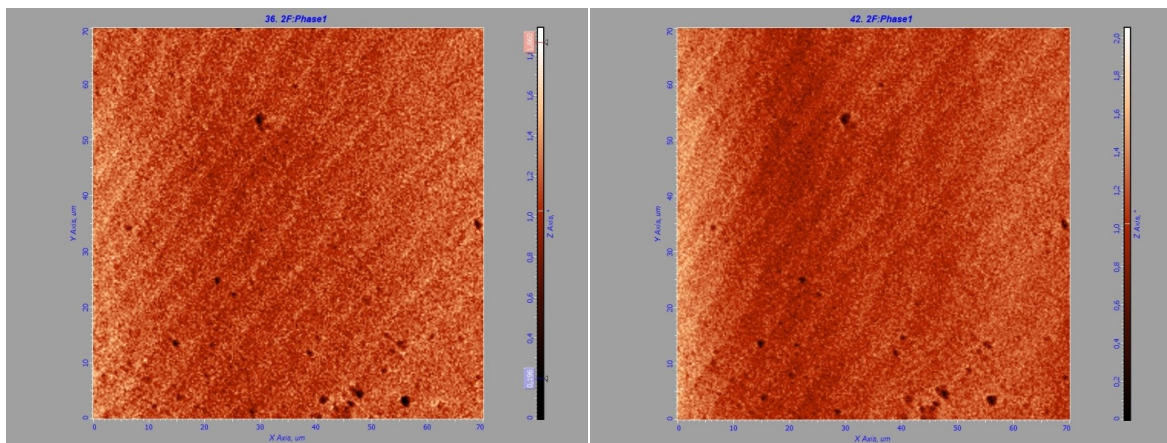
případě budou vzorky studovány z lesklé strany, která vykazuje typicky o jeden až dva řády menší drsnost v porovnání s matnou stranou (lesklá \approx desítky nm, matná \approx stovky nm). Vzorky, které máme k dispozici, jsou amorfní dvouvrstvé pásy se složením $\text{Fe}_{74,5}\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ (matná)/ $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ (lesklá). MFM snímky pořízené z lesklé strany jsou ukázány na obrázku 17a. První série je pořízena bez přítomnosti externího magnetického pole. Zobrazena je příslušná topografie a magnetický kontrast zviditelňující tzv. „closure“ (uzavírající se) domény. Jak bylo uvedeno v kapitole 2.1.1, obrázky magnetických domén jsou výsledkem interakce magnetického hrotu s magnetickým polem generovaným vzorkem. Tato interakce je narušena aplikovaným externím magnetickým polem, což vede ke změně tvaru a struktury doménového uspořádání. Změny v doménové struktuře v závislosti na měnícím se vnějším magnetickém poli obsahují další série obrázků 17b-17d. Největší rozdíly jsou patrné při velkých magnetických polích 800 Oe a 900 Oe, kdy „closure“ domény přecházejí v pásové domény. Toto chování je v současné době předmětem intenzivního zkoumání.



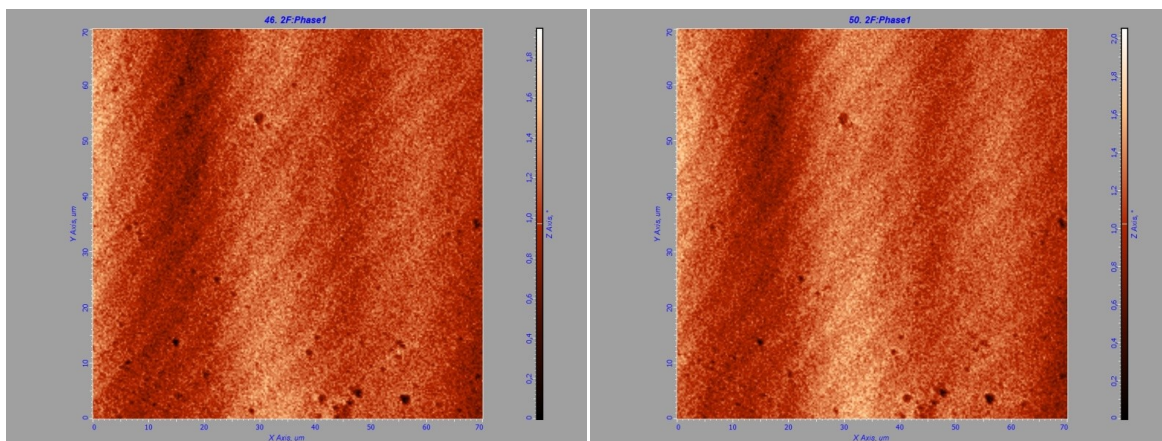
Obr. 17a AFM (vlevo) a příslušný MFM kontrast (vpravo) bez přítomnosti externího magnetického pole (rozlišení 70 x 70 μm).



Obr. 17b Příslušný MFM kontrast v externím magnetickém poli 50 Oe (vlevo), 100 Oe (vpravo).



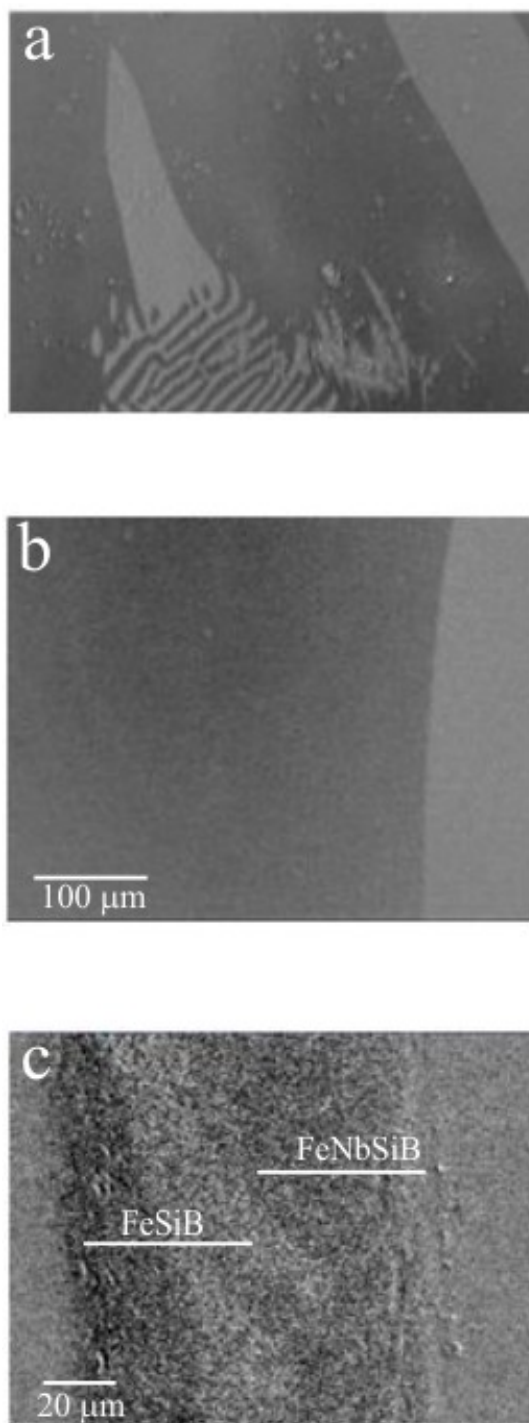
Obr. 17c Příslušný MFM kontrast v externím magnetickém poli 200 Oe (vlevo), 500 Oe (vpravo).



Obr. 17 d Příslušný MFM kontrast v externím magnetickém poli 800 Oe (vlevo), 900 Oe (vpravo).

Příklady MOKM domén jsou ukázány na obrázcích 18. První z nich (a) znázorňuje velké pásové domény pozorované na lesklé (FeSiB) straně pásu, v nichž v určitých částech přecházejí jemnější domény, připomínající otisk prstu (finger-print). Jde o typické uspořádání magnetické doménové struktury amorfního rychle ztuhlého kovu. Potvrzují existenci náhodných lokálních namáhání (tahů, tlaků) v rovině pásu nebo kolmo na ní, které vznikají při přípravě vzorků. To, jakým způsobem lze kontrolovat anizotropii dvouvrstvého pásu, můžeme vidět na druhém obrázku (b). Tady byl pásek svinut do tvaru toroidu s průměrem 13 mm. Bylo vyvoláno tahové napětí v FeSiB vrstvě, směřující vně, a tlakové napětí v FeNbSiB vrstvě, směřující dovnitř toroidu. Díky kladné magnetostrikci FeSiB vrstvy (32 ppm) je indukována snadná osa magnetizace ve směru osy pásu. Výsledkem je struktura pásových domén bez přítomnosti „finger-print“ struktur poukazující na relaxaci tlakových napětí. Směr snadné osy magnetizace koresponduje s orientací doménových stěn. Třetí obrázek (c) znázorňuje unikátní možnost MOKM sledovat chování magnetických domén na rozhraní mezi oběma vrstvami. Bylo zjištěno, že domény se šíří odlišně v jednotlivých vrstvách, což je způsobeno zejména různými hodnotami magnetostrikce (FeSiB – 32 ppm, FeNbSiB – 11.8 ppm). V FeSiB vrstvě byla pozorována rychlá reverzace a pohyb

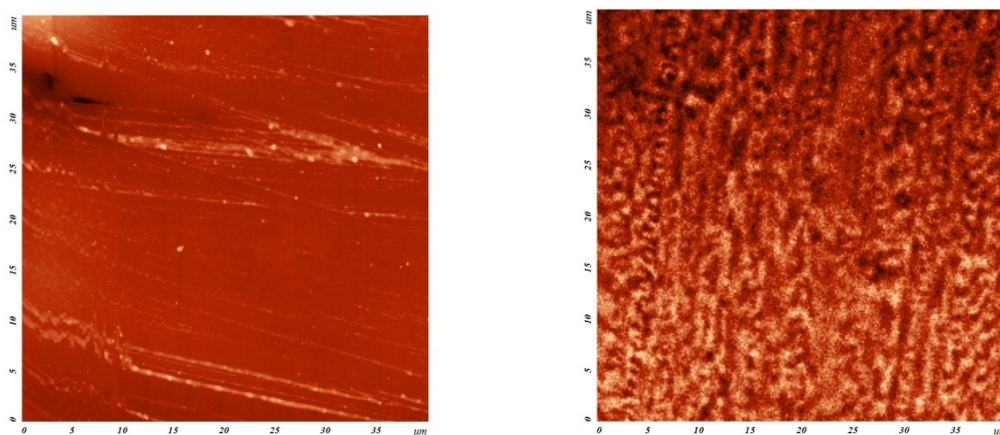
doménových stěn je téměř ukončen již při malých magnetických polích. Naopak v FeNbSiB vrstvě se domény šíří pomaleji směrem od rozhraní k povrchu. Doménové stěny jsou rovnoběžné s rozhraním a osou pásku.



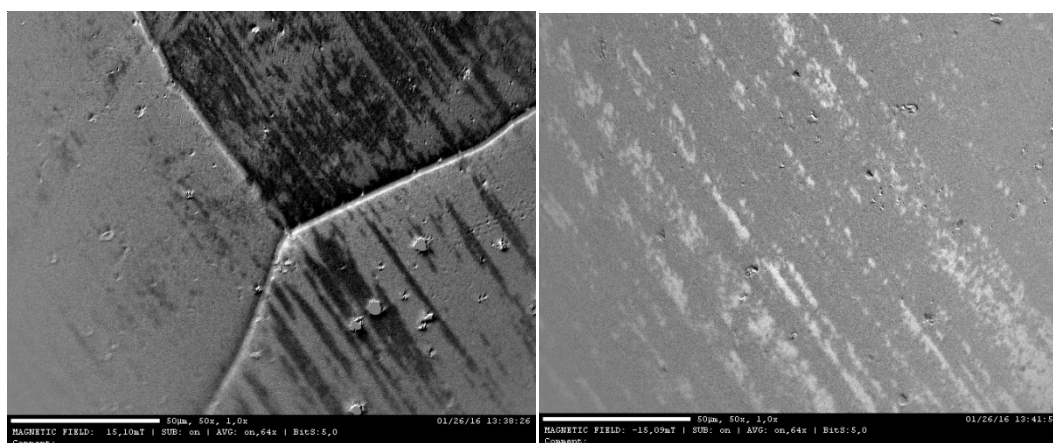
Obr. 18 Domény FeNbSiB/FeSiB měřené z lesklé strany pásku (a), toroidu (b) a na příčném řezu páskem (c) [28].

4.3 Co_2FeSi Heuslerovy slitiny

Tyto slitiny jsou v posledních letech hojně studovány díky svým optickým a feromagnetickým vlastnostem, které jsou využívány zejména ve spintronice. Krystalické vzorky byly připraveny obloukovým tavením do tvaru ingotů, které byly následně seříznuty do disků o průměru 20 mm a tloušťky 500 μm . Následně došlo k jejich vyleštění. Poměrně složitá doménová struktura z pohledu MFM je ukázána na obrázku 19. Sestává z jemných malých domén nepravidelného tvaru, které mění svůj směr díky drobným nehomogenitám nebo defektům. U techniky MOKM (obr. 20 vpravo) se objevily dlouhé pásové domény, a to zejména v zrnech. Tyto domény postupně přecházely i do sousedních zrn, jak je patrné z obrázku 20 vlevo. Studium těchto materiálů v současné době intenzivně pokračuje, a proto zde ještě nevysvětlujeme důvody takového magnetického chování.



Obr. 19 Co_2FeSi slitiny z pohledu AFM/MFM. Levý obrázek odráží naměřenou topografii. Právý snímek mapuje doménové uspořádání. Měření proběhlo bez přítomnosti externího magnetického pole. Měřená plocha je 40 x 40 μm .



Obr. 20 Co_2FeSi slitiny z pohledu MOKM. Vlevo je znázornění tří zrn s příslušnou doménovou strukturou. Vpravo jsou znázorněny domény uvnitř zrna. Uvedené rozlišení je 50 μm .

5 Závěr

Pomocí metod mikroskopie magnetických sil (MFM) a mikroskopie využívající Kerrův jev (MOKM) byly studovány magnetické materiály s vysokým aplikačním potenciálem v technické praxi. Byla představena zmíněná experimentální zařízení z pohledu jejich schopností studovat doménové uspořádání na tvrdých magnetických materiálech, dvouvrstvých páscích i krystalických Heuslerových slitinách. Dosavadní poznatky vedou k tomu, že každá z těchto metod se potýká s jistými limitacemi. Uvedme přehledně, o která úskalí může jít.

- Drsnost povrchu vzorku – Obě techniky jsou velmi závislé na topografii povrchu. Z pohledu MOKM je po odrazu světla od drsného povrchu snímána detektory jen malá intenzita, navíc magnetické domény jsou většinou překryty nerovnostmi povrchu. V semikontaktním režimu měření u MFM může dojít k tomu, že maximální hodnota výchylky při výkmitu sondy nedosáhne povrchu vzorku, díky čemuž je ovlivněn snímáný obraz.
- Rozlišení – V případě MOKM je maximální hodnota rozlišení dána parametry optických prvků (objektivu). 100-násobné zvětšení umožňuje rozlišit magnetické domény o velikosti cca 300 nm. U MFM je rozlišení dáno vlastnostmi použitého hrotu. Základní parametry hrotů jsou uvedeny v tabulce 2, v ideálním případě lze dosáhnout atomárního rozlišení.
- Rychlost měření – MOKM umožňuje pozorování v reálném čase, získání obrázku magnetické struktury vzorku trvá řádově několik minut. MFM dokáže zmapovat povrch vzorku v závislosti na velikosti měřené plochy a rychlosti a frekvence skenování (typické měření cca 30 minut).

Vzhledem k uvedenému je možné konstatovat, že pro případ měření magneticky tvrdých materiálů je vhodnější využít MFM. Amorfni pásy lze studovat pomocí obou technik bez výraznějšího omezení. Krystalické materiály je pak vhodnější studovat pomocí MOKM.

Literatura

- [1] M. Knobel, K. R. Pirota, Giant magnetoimpedance: concepts and recent progress, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **242-245**, 33-40, 2002.
- [2] M. - H. Phan, H. - X. Peng, Giant magnetoimpedance materials: Fundamentals and applications, *Progress in Material Science*, **53**, 323-420, 2008.
- [3] T. A. P. Rocha-Santos, Sensors and biosensors based on magnetic nanoparticles, *Trends in Analytical Chemistry*, **62**, 28-36, 2014.
- [4] P. Ripka, Advances in Fluxgate sensors, *Sensors and Actuators*, **A106**, 8-14, 2003.
- [5] F. Bitter, *Phys. Rev.*, **38**, 1903, 1931.
- [6] W. Szmaja, Investigation of the domain structure of sintered Nd/Fe/B permanent magnets by Bitter-pattern method, *Czechoslovak Journal of Physics*, **54**(12), 1503-1509, 2004.
- [7] M. R. Scheinfein, J. Unguris, M. H. Kelley, D. T. Pierce, R. J. Celotta, Scanning electron microscopy with polarization analysis (SEMPA), *Review of Scientific Instruments*, **61**, 2501, 1990.
- [8] C. Phatak, A. K. Petford-Long, M. de Graef, Recent advances in Lorentz microscopy, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, **20**, 107-114, 2016.
- [9] R. Schäfer, Investigation of domains and dynamics of domain walls by the Magneto-optical Kerr effect, in: *Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials*, ed. H. Kronmüller and S. Parkin, John Wiley & Sons, 2007.
- [10] A. Schwarz, M. Bode, R. Wiesendanger, Scanning probe techniques: MFM and SP-STM, in: *Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials*, ed. H. Kronmüller and S. Parkin, John Wiley & Sons, 2007.
- [11] N. Yao, Z. L. Wang, *Handbook of Microscopy for Nanotechnology*, Kluwer, 2005.
- [12] G. Binnig, H. Rohrer, Scanning tunneling microscopy-from birth to adolescence, *Review of Modern Physics*, **59**, 615-625, 1987.

- [13] M. Vůjtek, R. Kubínek, M. Mašláň, Nanoskopie, 1. Vydání, Univerzita Palackého v Olomouci, 2012.
- [14] S. Krupička, Fyzika feritů a příbuzných magnetických kysličníků, nakl. Československá akademie věd, Praha, 1969.
- [15] S. Blundell, Magnetism in condensed matter (Oxford Master Series in Physics), Oxford University Press Inc, New York, 2001.
- [16] A. Hubert, R. Schäfer, Magnetic domains, The analysis of magnetic microstructure, Springer, Berlin, 1998.
- [17] R. C. O'Handley, Modern magnetic materials, Principles and Applications, John Wiley & Sons, 2000.
- [18] H. K. Wickramasinghe, Progress in scanning probe microscopy, *Acta Materialia*, **48**, 347-358, 2000.
- [19] D. Sarid, Scanning force microscopy with applications to electric, magnetic and atomic forces, Oxford University Press, New York, 1991.
- [20] R. Wiesendanger, Scanning probe microscopy and spectroscopy methods and applications, Cambridge University Press, Cambridge, 1994.
- [21] G. Binnig, C. F. Quate, Ch. Gerber, Atomic force microscope, *Physical Review Letters*, **56**, 930, 1986.
- [22] Y. Martin, H. K. Wickramasinghe, Magnetic imaging by force microscopy with 1000 Å resolution, *Applied Physical Letters*, **50**, 1455, 1987.
- [23] J. J. Saenz, N. García, P. Grütter, E. Meyer, H. Heinzelmann, R. Wiesendanger, L. Rosenthaler, H. H. Hidber, H. J. Güntherodt, Observation of magnetic forces by the atomic force microscope, *Journal of Applied Physics*, **62**, 4293, 1987.
- [24] C. D. Wright, E. H. Hill, Reciprocity in magnetic force microscopy, *Applied Physical Letters*, **67**, 433, 1995.
- [25] A. Wadas, P. Grütter, Theoretical approach to magnetic force microscopy, *Physical Review B*, **39**, 12013, 1989.
- [26] R. Kubínek, M. Vůjtek, M. Mašláň, Mikroskopie skenující sondou, Vydavatelství Univerzity Palackého v Olomouci, 2003.
- [27] J. Kerr, *Philos. Mag.*, **3**, 339, 1877.
- [28] K. Hrabovská, O. Životský, A. Hendrych, Pozorování magnetických domén s využitím magnetooptické Kerrovy mikroskopie, *Hutnické listy*, **6**, 98, 2015.

- [29] A. Hendrych, Magnetické vlastnosti nanokompozitních materiálů, dizertační práce, Univerzita Palackého v Olomouci, 1-62, 2010.
- [30] A. Chrobak, G. Ziolkowski, G. Haneczok, Metoda wytwarzania materialow objetosciowych typu RE-Fe-B-Nb, patent nr. P. 408634, Urząd Patentowy w Warszawie, 2014.
- [31] A. Chrobak, G. Ziolkowski, N. Randrianantoandro, J. Klimontko, D. Chrobak, K. Prusik, J. Rak, Ultra-high coercivity of (FeNbB) Tb bulk nanocrystalline magnets, *Acta Materialia*, **98**, 318-326, 2015.